

Metode uji standar untuk abu sulfat dari minyak lumas dan aditif

*Standard Test Method for Sulfated Ash from Lubricating Oils and
Additives*

(ASTM D874–07, IDT)



© ASTM – All rights reserved

© BSN 2016 untuk kepentingan adopsi standar © ASTM menjadi SNI – Semua hak dilindungi

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun serta dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis BSN

BSN
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

*"This Standard is identical to **ASTM D 874–07, Standard Test Method for Sulfated Ash from Lubricating Oils and Additives**, Copyright ASTM International, 100 Barr Harbour Drive, West Conshohocken PA 19428 USA.*

Reprinted by permission of ASTM International."

*ASTM International has authorized the distribution of this translation of **SNI 8244:2016**, but recognizes that the translation has gone through a limited review process. ASTM neither represents nor warrants that the translation is technically or linguistically accurate. Only the English edition as published and copyrighted by ASTM shall be considered the official version. Reproduction of this translation, without ASTM's written permission is strictly forbidden under U.S. and international copyright laws.*

Daftar isi

Daftar isi.....	i
Prakata.....	ii
1 Ruang lingkup	1
2 Acuan normatif	2
3 Istilah dan definisi	2
4 Ringkasan metode uji	3
5 Arti dan kegunaan	3
6 Peralatan.....	4
7 Pereaksi	4
8 Pengambilan sampel	5
9 Prosedur	6
10 Perhitungan.....	9
11 Pelaporan.....	9
12 <i>Quality control</i>	9
13 Presisi dan bias.....	10
14 Kata kunci	12
Lampiran (informatif) X1. <i>Quality control</i>	13
Ringkasan perubahan.....	14

Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) 8244:2016, *Metode uji standar untuk abu sulfat dari minyak lumas dan aditif* merupakan SNI baru. SNI ini merupakan adopsi identik dari ASTM D874 – 07, *Standard Test Method for Sulfated Ash from Lubricating Oils and Additives*, dengan metode terjemahan.

Tujuan penyusunan SNI metode uji ini adalah untuk memudahkan pengguna dalam memahami metode uji ini sehingga dapat menerapkannya dengan baik dan benar.

Untuk tujuan ini telah dilakukan perubahan editorial yaitu tanda titik telah diganti dengan tanda koma dan sebaliknya untuk penulisan bilangan.

SNI ini disusun sesuai dengan ketentuan yang diberikan dalam:

- a) Pedoman Standardisasi Nasional PSN 03.1:2007, Adopsi Standar Internasional dan Publikasi Internasional lainnya, Bagian 1: Adopsi Standar Internasional menjadi SNI (ISO/IEC Guide 21-1:2005, *Regional or national adoption of International Standards and other International Deliverables – Part 1: Adoption of International Standards, MOD*),
- b) Pedoman Standardisasi Nasional (PSN) 08:2007, Penulisan SNI,
- c) Pedoman Standardisasi Nasional (PSN) 10:2012, Adopsi Standar American Society for Testing and Material menjadi Standar Nasional Indonesia.

Standar ini disusun oleh Komite Teknis 75-02 Produk Minyak Bumi, Gas Bumi dan Pelumas dan telah dibahas dalam rapat konsensus lingkup Komite Teknis di Jakarta pada tanggal 22-23 November 2012 yang dihadiri oleh wakil dari produsen, konsumen, tenaga ahli, asosiasi dan peneliti serta instansi teknis terkait lainnya.

Apabila pengguna menemukan keraguan dalam standar ini maka disarankan untuk melihat standar aslinya yaitu ASTM D874-07 dan/atau dokumen terkait lain yang menyertainya.



Metode uji standar untuk abu sulfat dari minyak lumas dan aditif¹

Standard test method for sulfated ash from lubricating oils and additives¹

1 Ruang lingkup*

1.1 Metode uji ini mencakup penetapan abu sulfat minyak lumas baru yang mengandung aditif dan aditif pekat yang digunakan dalam pencampuran. Aditif umumnya terdiri satu atau lebih dari logam-logam berikut : barium, kalsium, magnesium, seng, kalium, natrium dan timah. Unsur-unsur sulfur, fosfor, dan klorin dapat juga berada dalam bentuk gabungan.

1.2 Penggunaan metode uji ini untuk minyak-minyak yang mengandung aditif tak berabu yang dibatasi tingkat abu sulfatnya di bawah 0,02 % massa. Batas terendah metode ini untuk abu sulfat adalah 0,005 % massa.

CATATAN 1 Metode uji ini tidak diperuntukan untuk analisis minyak lumas bekas mesin atau minyak yang mengandung timbal. Tidak direkomendasikan untuk analisis minyak lumas nonaditif. Untuk minyak nonaditif dapat digunakan metode uji D482.

CATATAN 2 Uji ini membuktikan bahwa magnesium tidak memberikan reaksi yang sama seperti logam-logam alkali. Bila aditif mengandung magnesium, hati-hati dalam melakukan interpretasi data.

¹ Metode uji ini di bawah yurisdiksi dari ASTM Committee D02 on Petroleum Products and Lubricants dan langsung pertanggung jawaban dari Subcommittee D02.03 on Elemental Analysis. Penerbitan ulang disetujui 1 November 2007. Dipublikasikan November 2007. Pertama kali disetujui pada tahun 1946. sebagai D874 – 46. Penerbitan terakhir disetujui pada tahun 2006 sebagai D874 – 06.

Pada IP, metode di bawah yuridiksi Komite Standardisasi. Metode uji ini telah disahkan oleh komite sponsor dan diterima oleh kumpulan yg bekerjasama dalam penerbitan prosedur ini.

* Ringkasan Perubahan diberikan pada akhir standar ini

1 Scope*

1.1 This test method covers the determination of the sulfated ash from unused lubricating oils containing additives and from additive concentrates used in compounding. These additives usually contain one or more of the following metals: barium, calcium, magnesium, zinc, potassium, sodium, and tin. The elements sulfur, phosphorous, and chlorine can also be present in combined form.

1.2 Application of this test method to sulfated ash levels below 0,02 mass % is restricted to oils containing ashless additives. The lower limit of the method is 0,005 mass % sulfated ash.

NOTE 1 This test method is not intended for the analysis of used engine oils or oils containing lead. Neither is it recommended for the analysis of nonadditive lubricating oils, for which Test Method D482 can be used.

NOTE 2 There is evidence that magnesium does not react the same as other alkali metals in this test. If magnesium additives are present, the data is interpreted with caution.

¹ This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee D02 on Petroleum Products and Lubricants and is the direct responsibility of Subcommittee D02.03 on Elemental Analysis. Current edition approved Nov. 1, 2007. Published November 2007. Originally approved in 1946. Last previous edition approved in 2006 as D874–06.

In the IP, this test method is under the jurisdiction of the Standardization Committee. This test method has been approved by the sponsoring committees and accepted by the cooperating societies in accordance with established procedures.

* A Summary of Changes section appears at the end of this standard.

CATATAN 3 Uji ini membuktikan bahwa contoh yang mengandung molibdenum dapat memberikan hasil yang rendah sebab senyawa molibdenum tidak seluruhnya didapatkan pada temperatur pengabuan.

1.3 Nilai-nilai dinyatakan dalam satuan SI yang disetujui sebagai standar. Tidak ada satuan lain dalam pengukuran, disertakan dalam standar ini.

1.4 *Standar ini tidak mencakup semua hal mengenai keselamatan yang terkait dengan penggunaannya. Menjadi tanggung jawab pengguna standar ini untuk mengadakan latihan keselamatan dan kesehatan kerja yang tepat dan memastikan penerapan batas-batas peraturan sebelum digunakan.*

2 Acuan normatif

2.1 Standar ASTM:²

D482, *Test Method for Ash from Petroleum Products*
D1193, *Specification for Reagent Water*
D4057, *Practice for Manual Sampling of Petroleum and Petroleum Products*
D4177, *Practice for Automatic Sampling of Petroleum and Petroleum Products*
D6299, *Practice for Applying Statistical Quality Assurance Techniques to Evaluate Analytical Measurement System Performance*

3 Istilah dan definisi

3.1 Definisi :

3.1.1 abu sulfat

residu yang tertinggal setelah sampel dikarbonasi, dan residu ditambahkan asam sulfat dan dipanaskan sampai didapatkan berat tetap.

NOTE 3 There is evidence that samples containing molybdenum can give low results because molybdenum compounds are not fully recovered at the temperature of ashing.

1.3 The values given in SI units are to be regarded as the standard. No other units of measurement are included in this standard.

1.4 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

2 Referenced documents

2.1 ASTM Standards:²

D482, *Test Method for Ash from Petroleum Products*
D1193, *Specification for Reagent Water*
D4057, *Practice for Manual Sampling of Petroleum and Petroleum Products*
D4177, *Practice for Automatic Sampling of Petroleum and Petroleum Products*
D6299, *Practice for Applying Statistical Quality Assurance Techniques to Evaluate Analytical Measurement System Performance*

3 Terminology

3.1 Definitions:

3.1.1 sulfated ash

the residue remaining after the sample has been carbonized, and the residue subsequently treated with sulfuric acid and heated to constant weight.

² Untuk acuan standar ASTM, kunjungi website ASTM, www.astm.org atau hubungi ASTM Customer Service di service@astm.org. Untuk informasi volume buku tahunan standar ASTM, mengacu ke rangkuman halaman dokumen standar di website ASTM.

² For referenced ASTM standards, visit the ASTM website, www.astm.org, or contact ASTM Customer Service at service@astm.org. For *Annual Book of ASTM Standards* volume information, refer to the standard's Document Summary page on the ASTM website.

4 Ringkasan metode uji

4.1 Sampel dinyalakan dan dibakar sampai menjadi abu dan karbon. Setelah pendinginan, residu diberi asam sulfat dan dipanaskan pada 775 °C sampai semua karbon teroksidasi sempurna. Abu kemudian didinginkan, ditambahkan lagi asam sulfat, dan dipanaskan pada 775 °C sampai diperoleh berat tetap.

5 Arti dan kegunaan

5.1 Abu sulfat dapat digunakan untuk menunjukkan konsentrasi logam aditif dalam minyak lumas. Bila tidak terdapat fosfor, maka barium, kalsium, magnesium, natrium dan kalium diubah menjadi senyawa sulfat dan timah (stanum) dan seng diubah menjadi senyawa oksida (CATATAN 5). Keberadaan sulfur dan klorin tidak mengganggu dalam pengujian ini, tetapi bila terdapat fosfor bersama-sama logam, sebagian atau seluruhnya dalam abu sulfat disebut logam fosfat.

CATATAN 4 Pada temperatur nyala tertentu dalam metode ini, zinc sulfat perlahan akan terurai menjadi oksidanya, sampel yang mengandung seng dapat memberikan hasil yang bervariasi kecuali seluruh seng sulfat diubah menjadi oksida.

5.2 Karena interferensi antar unsur di atas, nilai abu sulfat yang diperoleh secara percobaan mungkin berbeda dari abu sulfat yang diperoleh dari perhitungan hasil analisa unsur. Pembentukan beberapa senyawa non sulfat tergantung pada temperatur pengabuan, waktu pengabuan, dan komposisi senyawa logam yang terdapat dalam minyak lumas. Oleh karena itu, secara umum syarat abu sulfat sebaiknya tidak digunakan dalam spesifikasi produk tanpa pengertian yang jelas antara pembeli dan penjual bahwa nilai abu sulfat tidak dapat dianggap sebagai indikator jumlah kandungan senyawa logam.³

³ Diskusi lanjutan tentang interferensi dapat ditemukan di Nadkarni, R.A., Ledesma, R.R., dan Via, G.H., "Abu sulfat TM: *Limitation of Reliability and Reprucibility*," SAE Technical Paper No. 952548, tersedia dari SAE, 400 Commonwealth Drive, Warrendale, PA 15096-0001, USA.

4 Summary of test method

4.1 The sample is ignited and burned until only ash and carbon remain. After cooling, the residue is treated with sulfuric acid and heated at 775 °C until oxidation of carbon is complete. The ash is then cooled, re-treated with sulfuric acid, and heated at 775 °C to constant weight.

5 Significance and use

5.1 The sulfated ash can be used to indicate the concentration of known metal-containing additives in new oils. When phosphorus is absent, barium, calcium, magnesium, sodium and potassium are converted to their sulfates and tin (stannic) and zinc to their oxides (NOTE 5). Sulfur and chlorine do not interfere, but when phosphorus is present with metals, it remains partially or wholly in the sulfated ash as metal phosphates.

NOTE 4 Since zinc sulfate slowly decomposes to its oxide at the ignition temperature specified in the method, samples containing zinc can give variable results unless the zinc sulfate is completely converted to the oxide.

5.2 Because of above inter-element interferences, experimentally obtained sulfated ash values may differ from sulfated ash values calculated from elemental analysis. The formation of such non-sulfated species is dependent on the temperature of ashing, time ashed, and the composition of metal compounds present in oils. Hence, sulfated ash requirement generally should not be used in product specifications without a clear understanding between a buyer and a seller of the unreliability of an ash value as an indicator of the total metallic compound content.³

³ Further discussion of these interferences can be found in Nadkarni, R.A., Ledesma, R. R., and Via, G. H., "Sulfated Ash TM: Limitations of Reliability and Reprucibility," SAE Technical Paper No. 952548, available from SAE, 400 Commonwealth Drive, Warrendale, PA 15096-0001, USA.

6 Peralatan

6.1 Cawan penguapan atau Crucible, 50 sampai 100 mL untuk sampel yang mengandung abu sulfat lebih dari 0,02% massa, atau 120 sampai 150 mL untuk sampel yang mengandung abu sulfat kurang dari 0,02% massa, yang terbuat dari porselen, campuran silika atau platina. **(Peringatan:** Jangan menggunakan cawan platina apabila sampel mengandung unsure seperti fosfor, karena dapat merusak platina pada kondisi uji ini.)

CATATAN 5 Untuk mendapatkan hasil yang terbaik, sampel yang mengandung abu sulfat tidak lebih dari 0,1% massa digunakan cawan platina. Untuk berbagai macam sampel, presisi yang diperoleh ditunjukkan pada Pasal 13.

6.2 Tungku listrik *Muffle*— Tungku harus mampu dioperasikan pada temperatur $(775 \pm 25) ^\circ\text{C}$ dan lebih baik mempunyai lubang pada bagian depan dan belakang yang digunakan untuk masuknya udara secara perlahan melewati tungku.

6.3 Timbangan, mampu untuk menimbang hingga ketelitian 0,1 mg.

7 Pereaksi

7.1 Kemurnian pereaksi – Untuk semua pengujian harus menggunakan bahan kimia tingkat pereaksi. Meskipun tidak ditentukan, semua pereaksi harus memenuhi spesifikasi dari *Committee on Analytical Reagents of the American Chemical Society*, dimana spesifikasi tersebut dapat digunakan.⁴ Tingkat lain dapat digunakan asalkan dapat dipastikan bahwa pereaksi tersebut mempunyai kemurnian yang cukup tinggi untuk dapat digunakan tanpa mengurangi ketepatan dalam pengujian.

⁴ *Reagent Chemicals American Chemical Society Specification*, "Am. Chemical Soc. Washington DC, Untuk pereaksi pengujian tidak terdaftar pada the American Chemical Society, lihat Analar Standards for Laboratory Chemicals, BDH Ltd., Poole, Dorset, U.K., dan the United States Pharmacopeia and National Formulary, U.S. Pharmaceutical Convention, Inc. (USPC), Rockville, MD.

6 Apparatus

6.1 Evaporating dish or Crucible, 50 to 100-mL for samples containing more than 0.02 mass % sulfated ash, or 120 to 150 mL for samples containing less than 0.02 mass % sulfated ash, and made of porcelain, fused silica, or platinum. **(Warning:** Do not used platinum when the sample is likely to contain elements such as phosphorus, which attack platinum under the conditions of the test).

NOTE 5 For best results on samples containing less than 0.1 mass % sulfated ash, platinum dishes are used. The precision values shown in section 13 for this type of sample were so obtained.

6.2 Electric Muffle furnace – The furnace shall be capable of maintaining a temperature of $(775 \pm 25) ^\circ\text{C}$ and preferably have apertures at the front and rear to allow a slow natural draft of air to pass through the furnace.

6.3 Balance, capable of weighing to 0.1 mg.

7 Reagents

7.1 Purity of reagents – Reagent grade chemicals shall be used in all tests. Unless otherwise indicated, it is intended that all reagents shall conform to the specifications of the Committee on Analytical Reagents of the American Chemical Society, where such specifications are available, or to other recognized standards for reagent chemicals⁴. Other grades may be used, provided it is first ascertained that the reagent is of sufficiently high purity to permit its use without lessening the accuracy of the determination.

⁴ Reagent chemicals, American Chemical Society Specifications, American Chemical Society, Washington, DC. For suggestions on the testing of reagents not listed by the American Chemical Society, see Analar Standards for Laboratory Chemicals, BDH Ltd., Poole, Dorset, U.K., and the United States Pharmacopeia and National Formulary, U.S. Pharmacopeial Convention, Inc. (USPC), Rockville, MD.

7.2 Kemurnian air – Kecuali ada ketentuan lain, yang dimaksud dengan pereaksi air harus seperti yang ditentukan oleh Tipe II atau III dalam spesifikasi D1193.

7.2 Purity of water – Unless otherwise indicated, references to water shall be understood to mean reagent water as defined by Types II or III of Specification D1193.

7.3 Minyak lumas mineral abu rendah – white oil yang mempunyai abu sulfat lebih rendah dari batas kemampuan yang ditentukan oleh metode ini.

7.3 Low-ash mineral oil – White oil having a sulfated ash lower than the limit capable of being determined by this method.

CATATAN 6 Penetapan abu sulfat minyak ini dengan prosedur yang diberikan pada Subpasal 9.1–9.11 di bawah ini menggunakan *white oil* yang ditimbang dengan ketelitian 0,5 g dalam cawan platina ukuran 120 sampai 150 mL. Hasilnya dikurangi blanko asam sulfat seperti tertulis dalam Subpasal 9.11.

NOTE 6 Determine the sulfated ash of this oil by the procedure given in 9.1 – 9.11 below using 100 g of white oil weighed to the nearest 0.5 g in a 120 to 150 mL platinum dish. Deduct the sulfuric acid blank as described in 9.11.

7.4 Asam sulfat (densitas relatif 1,84) – Asam sulfat pekat (H_2SO_4). (**Peringatan:** Racun. Korosif. Oksidan kuat)

7.4 Sulfuric acid (*relative density 1,84*) – Concentrated sulfuric acid (H_2SO_4). (**Warning:** Poison. Corrosive. Strong oxidizer).

7.5 Asam sulfat (1+1) – Tuangkan secara perlahan 1 volume asam sulfat pekat (densitas relatif 1,84) ke dalam 1 volume air dengan pengadukan kuat. (**Peringatan:** Mencampur asam ini kedalam air dapat menimbulkan panas. Bila perlu, dinginkan cairan sebelum penambahan asam lagi. Jangan biarkan larutan mendidih).

7.5 Sulfuric acid (1 + 1) – Prepare by slowly adding 1 volume of concentrated sulfuric acid (*relative density 1,84*) to 1 volume of water with vigorous stirring. (**Warning:** Mixing this acid into water generates considerable heat. When necessary, cool the solution before adding more acid. Do not allow the solution to boil).

7.6 Propana-2-ol. (**Peringatan:** Mudah terbakar, dapat meledak jika diuapkan sampai atau mendekati kering).

7.6 *Propan-2-ol*. (**Warning :** Flammeable, can be explosive when evaporated to or near dryness).

7.7 Toluena. (**Peringatan:** Mudah terbakar, beracun)

7.7 *Toluene*. (**Warning :** Flammeable, toxic)

7.8 Sampel Quality Control (QC), biasanya satu atau lebih cairan bahan minyak bumi yang stabil dan harus cukup mewakili. Sampel QC ini dapat digunakan untuk menguji validitas proses pengujian seperti diuraikan dalam Pasal 12.

7.8 *Quality Control (QC) samples*, preferably are portions of one or more liquid petroleum materials that's are stable and representative of the sample interest. These QC Samples can be used to check the validity of the testing process as described in Section 12.

8 Pengambilan sampel

8 Sampling

8.1 Dapatkan sampel sesuai dengan petunjuk pelaksanaan D4057 atau D4177. Sampel harus diaduk dengan kuat sebelum dipindahkan sebagai contoh uji

8.1 Obtain samples in accordance with the instruction in Practice D4057 atau D4177. The sample shall be thoroughly mixed before removal of the laboratory test

laboratorium.

9 Prosedur

9.1 Pilih ukuran cawan penguapan atau krusibel sesuai dengan jumlah sampel yang diperlukan (lihat Subpasal 9.3).

9.2 Panaskan cawan penguapan atau krusibel yang digunakan untuk pengujian pada $(775 \pm 25) ^\circ\text{C}$ minimum 10 menit. Dinginkan hingga temperatur kamar dalam wadah yang sesuai dan timbang dengan ketelitian 0,1 mg.

CATATAN 7 Wadah tempat mendinginkan cawan tidak boleh mengandung zat pengering.

9.3 Timbang ke dalam cawan sejumlah sampel yang diberikan sebagai berikut :

$$W = 10/a \quad (1)$$

Keterangan :

W = massa sampel uji, g, dan
 a = abu sulfat yang diperkirakan, %masa

Sampel yang diambil tidak boleh lebih dari 80 g. Dalam hal aditif minyak lumas yang menghasilkan abu sulfat 2% massa atau lebih, encerkan sampel yang telah ditimbang dalam cawan dengan cawan kurang lebih 10 kali berat minyak mineral dengan abu rendah.

CATATAN 8 Bila jumlah abu sulfat yang diperoleh mempunyai perbedaan lebih dari kelipatan dua dari jumlah abu sulfat yang diharapkan, ulangi analisa dengan perhitungan berat sampel yang berbeda dari analisa yang pertama.

9.4 Panaskan cawan atau krusibel dan sampel dengan hati-hati sampai isinya dapat terbakar dengan nyala. Jaga pada suatu temperatur pada saat per contoh terbakar terus menerus dengan nyala yang merata dan pada laju sedang. Bila pembakaran berhenti, lanjutkan dengan pemanasan perlahan-lahan sampai tidak berasap atau timbul bau.

9.4.1 Bila sampel mengandung uap air yang menyebabkan terjadinya busa dan menyusutnya material dalam cawan, buang

portion.

9 Procedure

9.1 Select the size of the evaporating dish or crucible according to the quantity of sample necessary (see 9.3).

9.2 Heat the evaporating dish or crucible that is used for the test at $(775 \pm 25) ^\circ\text{C}$ for a minimum of 10 min. Cool to room temperature in a suitable container and weigh to the nearest to 0,1 mg.

NOTE 7 The container in which the dish is cooled does not contain a desiccating agent.

9.3 Weigh into the dish a quantity of sample given as follows:

$$W = 10/a \quad (1)$$

Where :

W = mass of test specimen, g, and
 a = expected sulfated ash, mass %

However, do not take a quantity in excess of 80 g. In the case of lubricating oil additives yielding a sulfated ash of 2 mass % or more, dilute the weighed sample in the dish with approximately 10 times its weight of low-ash mineral oil.

NOTE 8 If the amount of sulfated ash found differs from the expected amount by more than a factor of two, repeat the analysis with a different weight of sample calculated from the first analysis.

9.4 Heat the dish or crucible and sample carefully until the contents can be ignited with a flame. Maintain at such a temperature that the sample continues to burn at a uniform and moderate rate. When burning ceases, continue to heat gently until no further smoke or fumes are evolved.

9.4.1 If the sample contain sufficient moisture to cause foaming and loos of material from the dish, discard the sample

sampel dan untuk ekstra sampel tambahkan 1 - 2 mL propana-2-ol 99% (**Peringatan** – Mudah menyala) sebelum pemanasan. Bila ini tidak memberikan hasil yang baik, tambahkan 10 mL campuran dari toluena (**Peringatan** – Mudah menyala, Uap dapat menimbulkan luka) dan propana-2-ol dalam volume yang sama, dan campur secara merata. Tempatkan beberapa lembar kertas saring bebas abu ke dalam campuran dan panaskan, apabila kertas mulai terbakar, ini berarti sebagian besar air telah hilang.

9.5 Diamkan cawan menjadi dingin pada temperatur kamar, kemudian basahi residu seluruhnya dengan menambahkan beberapa tetes asam sulfat (densitas relatif 1,84). Panaskan hati-hati cawan di atas *hot plate* pada temperatur rendah atau di atas nyala gas, hindari terjadinya percikan dan pemanasan dilanjutkan sampai bau tidak timbul.

9.6 Masukkan cawan ke dalam tungku pada $(775 \pm 25) ^\circ\text{C}$ dan lanjutkan pemanasan sampai semua atau hampir semua karbon teroksidasi.

9.7 Diamkan cawan menjadi dingin pada temperatur kamar. Tambahkan 3 tetes air dan 10 tetes asam sulfat (1+1). Gerakkan cawan sedemikian rupa sehingga semua air membasahi seluruh residu. Panaskan lagi cawan itu sesuai dengan Subpasal 9.5.

9.8 Masukkan kembali ke dalam tungku pada $(775 \pm 25) ^\circ\text{C}$ dan jaga temperatur selama 30 menit (lihat CATATAN 9). Dinginkan cawan hingga temperatur kamar dalam wadah yang sesuai (lihat CATATAN 7).

CATATAN 9 Sebuah studi yang dilakukan oleh dua laboratorium terpisah menyelidiki apakah pemanasan residu abu sulfat untuk waktu yang lama (misalnya, semalam) dalam tungku pada $(775 \pm 25) ^\circ\text{C}$ dibandingkan dengan 30 menit sebagaimana yang disyaratkan di Subpasal 9.8 mengungkapkan bahwa perbedaan yang signifikan pada hasil abu sulfat dapat terjadi. Penelitian menunjukkan bahwa hasil abu sulfat yang lebih rendah diperoleh pada contoh yang tersisa di tungku yang dipanaskan semalam dibandingkan dengan yang dipanaskan selama 30 menit. Sebuah

and to an additional sample add 1 to 2 mL of 99 % propan-2-ol (**Warning** – Flammable) before heating. If this is not satisfactory, add 10 mL of mixture of equal volumes of toluene (**Warning** – Flammable, Vapor harmful) and propan-2-ol and mix thoroughly. Place several strips of ashless filter paper in the mixture and heat, when the paper begins to burn, the greater part of the water will have been removed.

9.5 Allow the dish to cool to room temperature, then completely moisten the residue by the dropwise addition of sulfuric acid (relative density 1,84). Carefully heat the dish at a low temperature on a hot plate or over a gas burner, avoiding spattering, and continue heating until fumes are no longer evolved.

9.6 Place the dish in the furnace at $(775 \pm 25) ^\circ\text{C}$ and continue heating until oxidation of the carbon is complete or almost complete.

9.7 Allow the dish to cool to room temperature. Add 3 drops of water and 10 drops of sulfuric acid (1 + 1). Move the dish so as to moisten the entire residue. Again heat the dish in accordance with 9.5.

9.8 Again place the dish in the furnace at $(775 \pm 25) ^\circ\text{C}$ and maintain at that temperature for 30 min (see Note 9). Cool the dish to room temperature in a suitable container (see Note 7).

NOTE 9 A study conducted by two separate laboratories investigating whether heating sulfated ash residues for extended periods of time (for example, overnight) in a furnace $(775 \pm 25) ^\circ\text{C}$ as opposed to 30 min as required in 9.8 revealed that a significant difference in sulfated ash results can exist. The study indicated that lower sulfated ash results were obtained on the samples left in the furnace overnight versus those that were heated in 30-min cycles. A thermogravimetric analysis also confirmed that the samples evaluated continued to lose weight at $775 ^\circ\text{C}$ as a function of time. As such, it is

analisa termogravimetri juga menegaskan bahwa contoh dievaluasi terus menurunkan berat pada 775 °C sebagai fungsi waktu. Oleh karena itu, adalah penting bahwa 30 menit persyaratan waktu pemanasan ditaati dalam menjalankan metode pengujian. Detail mengenai studi dapat ditemukan di ASTM Research Report RR: D02-1597.

CATATAN 10 Zinc dialkyl or alkaryl dithiophosphates dan campuran yang mengandung aditif ini dapat menghasilkan residu dimana sebagian residu berwarna hitam. Dalam hal ini, ulangi prosedur Subpasal 9.7 dan Subpasal 9.8 sampai diperoleh residu yang berwarna putih.

9.9 Timbang cawan dan residu dengan tingkat ketelitian 0,1 mg.

9.10 Ulangi Subpasal 9.8 dan Subpasal 9.9 hingga dua penimbangan berurutan tidak terdapat perbedaan lebih dari 1,0 mg.

CATATAN 11 Biasanya cukup satu kali pengulangan, kecuali bila terdapat kandungan zinc tinggi, maka diperlukan tiga sampai empat periode pemanasan.

9.11 Untuk sampel yang diperkirakan mengandung abu sulfat sampai 0,02 % massa atau kurang, tetapkan blanko dari asam sulfat pekat dengan menambahkan 1 mL asam sulfat pekat ke dalam cawan platina atau krusibel yang telah ditimbang, panaskan hingga asap yang terjadi tidak berlangsung lama dan kemudian panaskan dalam tungku pada (775 ± 25) °C selama 30 menit. Dinginkan cawan atau krusibel hingga temperatur kamar dalam wadah yang sesuai (lihat CATATAN 7) dan timbang dengan ketelitian 0,1 mg. Bila dalam asam sulfat diketemukan abu, buat suatu perhitungan untuk berat abu sulfat yang diperoleh dengan mengurangi berat abu yang berasal dari asam sulfat, pada saat berat abu asam sulfat ditetapkan dari volume asam sulfat yang digunakan dan berat abu asam sulfat yang diperoleh dari 1 mL blanko, dari gram total abu sulfat untuk sampel. Gunakan berat terkoreksi, w , dalam perhitungan persen abu sulfat.

essential that the 30-min heating time requirement be adhered to in performing the test method. Details concerning the study can be found in ASTM Research Report RR: D02-1597.

NOTE 10 Zinc dialkyl or alkaryl dithiophosphates and blends containing these additives can give a residue which is partially black at this stage. In this case, repeat 9.7 and 9.8 until a white residue is obtained.

9.9 Weigh the dish and residue to the nearest 0,1 mg.

9.10 Repeat 9.8 and 9.9 until two successive weighings differ by no more than 1,0 mg.

NOTE 11 Normally one repeat will suffice, unless a high proportion of zinc is present, when three or four heating periods can be required.

9.11 For samples expected to contain 0,02 mass % or less of sulfated ash, determine a sulfuric acid blank by adding 1 mL of the concentrated sulfuric acid to a tared platinum dish or crucible, heating until fumes are no longer evolved and then heating in the furnace at (775 ± 25) °C for 30 min. Cool the dish or crucible to room temperature in a suitable container (see Note 7) and weigh to the nearest 0,1 mg. If any ash is found in the sulfuric acid, make an adjustment to the weight of sulfated ash obtained by subtracting the weight of ash contributed by the sulfuric acid, determined from the total volume of sulfuric acid used and the weight of ash found for the 1-mL blank, from the total grams of sulfated ash for the sample. Use this corrected weight, w , in calculating the percent sulfated ash.

10 Perhitungan

10.1 Hitung abu sulfat sebagai persentasi sampel asli sebagai berikut :

$$\% \text{masa Abu sulfat} = (w/W) \times 100$$

10 Calculation

10.1 Calculate the sulfated ash as a percentage of the original sample as follows:

$$(2) \quad \text{Sulfated ash, mass \%} = (w/W) \times 100 \quad (2)$$

Tabel 1 - Ketelitian untuk tingkat di bawah 0,10%
Table 1 - Precision at levels bellow 0,10%

<i>Sulfated ash, mass %</i>	<i>Repeatability</i>	<i>Reproducibility</i>
0,005	0,000 5	0,002 1
0,010	0,000 9	0,003 8
0,05	0,003 7	0,014 8
0,10	0,006 6	0,026 7

Keterangan:

w = gram abu sulfat, dan
W = gram sampel yang digunakan.

where:

w = grams of sulfated ash, and
W = grams of sample used.

11 Pelaporan

11.1 Laporkan hasil sebagai abu sulfat dengan ketelitian 0,001 % massa untuk kadar abu sulfat sampel di bawah 0,02 % massa dan ketelitian 0,01 % massa untuk kadar abu sulfat sampel diatas 0,02 % massa, Metode Uji D874.

11 Report

11.1 Report the result to the nearest 0,001 mass % for samples below 0,02 mass % and to the nearest 0,01 mass % for higher levels as the sulfated ash, Test Method D874.

12 Quality control

12.1 Pastikan unjuk kerja peralatan atau prosedur pengujian melalui analisa sampel QC (lihat Subpasal 7.8).

12.1.1 Apabila kesepakatan QC/Quality Assurance (QA) telah ditetapkan dalam fasilitas uji, dalam hal ini boleh digunakan untuk memastikan kebenaran (reliability) hasil uji.

12.1.2 Apabila tidak ada kesepakatan QC/ Quality Assurance (QA) yang telah ditetapkan dalam fasilitas uji, Lampiran X1 dapat digunakan sebagai sistim QC/QA.

12 Quality control

12.1 Confirm the performance of the instrument or the test procedure by analyzing a QC sample (see 7.8)

12.1.1 When QC/ Quality Assurance (QA) protocols are already established in the testing facility, these may be used to confirm the reliability of the test result.

12.1.2 When there is no QC/ QA protocol established in the testing facility, Appendix X1 can be use as the QC/ QA system.

⁵ Data pendukung telah diisi di Kantor Pusat ASTM Internasional dan dapat diperoleh dengan memohon Laporan Penelitian RR:D02-1597.

⁵ Supporting data have been filed at ASTM International Headquarters and may be obtained by requesting Research Report RR:D02-1597

13 Presisi dan bias⁵

13.1 Presisi dari metode uji ini ditentukan dengan uji statistik dari hasil-hasil antar laboratorium sebagai berikut :

13.1.1 Untuk tingkat abu sulfat antara 0,005 dan 0,10 % massa.

13.1.1.1 Repeatability – Perbedaan antara dua hasil uji yang diperoleh oleh operator yang sama, dengan peralatan yang sama, pada kondisi operasi yang tetap dengan material uji yang sama dalam jumlah pengujian yang banyak, dalam operasi yang normal dan benar dari metode uji, yang melebihi nilai berikut hanya satu dalam dua puluh kasus.

$$r = 0,047 X^{0,85} \quad (3)$$

keterangan:

X = rata-rata dari dua hasil.

13.1.1.2 Reproducibility – Perbedaan antara dua hasil uji tunggal dan independen, yang diperoleh oleh operator yang berbeda, bekerja dalam laboratorium yang berbeda, dengan material uji yang sama, dalam jumlah pengujian yang banyak dalam operasi normal dan benar dari metode uji, yang melebihi nilai berikut hanya satu dalam dua puluh kasus:

$$R = 0,189 X^{0,85} \quad (4)$$

Keterangan :

X = rata-rata dari dua hasil.

13.1.1.3 Data sampel ditunjukkan pada Tabel 1.

CATATAN 12 Nilai ketelitian abu sulfat dalam rentang 0,005 sampai 0,10 % massa diperoleh dengan uji statistik antar laboratorium yang diperoleh dalam kerjasama program kooperatif ASTM-IP pada tahun 1975. Hanya menggunakan cawan platina.

13.1.2 Untuk tingkat abu sulfat antara 0,11 dan 25 % massa:

13 Precision and bias⁵

13.1 The precision of this test method as determined by statistical examination of interlaboratory results is as follows:

13.1.1 For sulfated ash levels between 0,005 and 0,10 mass %.

13.1.1.1 Repeatability – The difference between two test results obtained by the same operator with the same apparatus under constant operating conditions on identical test materials would, in the long run in the normal and correct operation of the test method, exceed the following values only in one case in twenty:

$$r = 0,047 X^{0,85} \quad (3)$$

where:

X = average of two results.

13.1.1.2 Reproducibility – The difference between two single and independent results obtained by different operators working in different laboratories on identical test material would, in the long run in the normal and correct operation of the test method, exceed the following values only in one case in twenty.

$$R = 0,189 X^{0,85} \quad (4)$$

where :

X = average of two results.

13.1.1.3 Specimen data are shown in Table 1.

NOTE 12 The precision values in the range from 0,005 to 0,10 mass % sulfated ash were obtained by statistical examination of interlaboratory test results obtained in a joint ASTM-IP cooperative program conducted in 1975. Only platinum dishes were used.

13.1.2 For sulfated ash levels between 0,11 and 25 mass %.

Tabel 2 - Ketelitian untuk tingkat di atas 0,10%
Table 2 - Precision at levels above 0,10 %

<i>Sulfated ash, mass %</i>	<i>Repeatability</i>	<i>Reproducibility</i>
0,5	0,036	0,084
1,0	0,060	0,142
5,0	0,201	0,475
10,0	0,337	0,799
20,0	0,567	1,343
25,0	0,671	1,588

13.1.2.1 Repeatability – Perbedaan antara dua hasil uji yang diperoleh oleh operator yang sama dengan peralatan yang sama, pada kondisi operasi yang tetap, dengan material uji yang sama dalam jumlah pengujian yang banyak dalam operasi yang normal dan benar dari metode uji, yang melebihi nilai berikut hanya satu dalam dua puluh kasus.

$$r = 0,060 X^{0,75} \quad (5)$$

keterangan :

X = rata-rata dari dua hasil.

13.1.2.2 Reproducibility – Perbedaan antara dua hasil uji tunggal dan independen, yang diperoleh oleh operator yang berbeda bekerja dalam laboratorium yang berbeda, dengan material uji yang sama dalam jumlah pengujian yang banyak dalam operasi normal dan benar dari metode uji, yang melebihi nilai berikut hanya satu dalam dua puluh kasus:

$$R = 0,142 X^{0,75} \quad (6)$$

Keterangan:

X = rata-rata dari dua hasil

13.1.2.1 Repeatability – The difference between two test results obtained by the same operator with the same apparatus under constant operating conditions on identical test materials would, in the long run in the normal and correct operation of the test method, exceed the following values only in one case in twenty:

$$r = 0,060 X^{0,75} \quad (5)$$

where:

X = average of two results.

13.1.2.2 Reproducibility – The difference between two single and independent results obtained by different operators working in different laboratories on identical test method would, in the long run in the normal and correct operation of the test method, exceed the following values only in one case in twenty:

$$R = 0,142 X^{0,75} \quad (6)$$

where:

X = average of two results

13.1.2.3 Data sampel ditunjukkan pada Tabel 2.

13.1.2.3 Specimen data are shown in Table 2.

CATATAN 13 Nilai ketelitian abu sulfat dalam daerah dari 0,10 sampai 25 % massa diperoleh dengan pengujian statistik dari hasil uji laboratorium yang diperoleh dari program kerja sama ASTM-IP pada tahun 1981.

NOTE 13 The precision values in the range from 0,10 to 25 mass % sulfated ash were obtained by statistical examination of interlaboratory test results obtained in a joint ASTM-IP cooperative program conducted in 1981.

Tabel 3 - Ketelitian untuk minyak mumas tipe API PC 10
Table 3 - Precision for API PC 10 type oils

<i>Sulfated ash concentration, mass %</i>	<i>Repeatability</i>	<i>Reproducibility</i>
0,80	0,06	0,11
0,90	0,07	0,13
1,10	0,09	0,18
1,60	0,16	0,30

13.1.3 Berdasarkan studi banding antar Laboratorium yang dilakukan pada tahun 2006 yang mencakup sembilan Laboratorium dengan sampel enam minyak lumas mesin tugas berat yang memenuhi spesifikasi⁶ API PC 10, diperoleh ketelitian sebagai berikut :⁷

Tingkat konsentrasi abu sulfat: 0,8 – 1,6 m %

Repeatability : $0,080\ 68\ X^{1,40}$

Reproducibility: $0,156\ 3\ X^{1,40}$

13.1.4 Contoh ketelitian analisa ditunjukkan pada Tabel 3.

13.2 Bias – Tidak ada bahan acuan yang sesuai yang digunakan untuk menentukan bias prosedur metode uji ini untuk pengukuran abu.

13.1.3 Based on an interlaboratory study conducted in 2006 that included nine laboratories and six heavy duty engine oils meeting the API PC 10 specifications,⁶ the following precision was obtained:⁷

Sulfated ash concentration level: 0,8 to 1,6 m %

Repeatability : $0,080\ 68\ X^{1,40}$

Reproducibility: $0,156\ 3\ X^{1,40}$

13.1.4 Examples of analysis precision are shown in Table 3.

13.2 Bias – There is no accepted reference material suitable for determining the bias of the procedures in this test method for measuring ash.

14 Kata kunci

14.1 aditif; abu; minyak lumas

14 Keywords

14.1 additives; ash; lubricating oils.

⁶ Tersedia dari *American Petroleum Institute* (API), 1220 L. St., NW, Washington, DC 20005-4070, <http://api-ec.api.org>.

⁷ Data pendukung telah diisi di Kantor Pusat ASTM Internasional dan dapat diperoleh dengan memohon Laporan Penelitian RR:D02-1625.

⁶ Available from American Petroleum Institute (API), 1220 L. St., NW, Washington, DC 20005-4070, <http://api-ec.api.org>.

⁷ Supporting data have been filed at ASTM International Headquarters and may be obtained by requesting Research Report RR:D02-1625.

Lampiran
(informatif)
X1. Quality control

Appendix
(Nonmandatory information)
X1. Quality control

X1.1 Pastikan performa peralatan atau prosedur uji dengan menganalisa sampel QC.

X1.1 Confirm the performance of the instrument or the test procedure by analyzing a QC sample.

X1.2 Utamakan monitoring terhadap pengukuran proses, pengguna metoda uji harus menetapkan nilai rata-rata dan batas kontrol dari sampel QC (lihat Praktek D6299 dan MNL 7).⁸

X1.2 Prior to monitoring the measurement process, the user of the test method needs to determine the average value and control limits of the QC sample (see Practice D6299 and MNL 7).⁸

X1.3 Rekam hasil QC dan analisa dengan control chart atau teknik statistik lainnya untuk memastikan kontrol secara statistik dari keseluruhan proses pengujian (lihat Praktek D6299 dan MNL 7). Setiap data yang keluar kontrol harus secepatnya dilakukan penyelidikan terhadap akar penyebabnya.

X1.3 Record the QC result and analyze by control charts or other statistically equivalent techniques to ascertain the statistical control of the total testing process (see Practice D6299 and MNL 7). Any out-of-control data should trigger investigation for root cause(s).

X1.4 Dalam hal ketiadaan permintaan khusus dalam metoda uji, frekuensi pengujian QC bergantung pada kualitas kritis terukur, penunjukan yang stabil proses pengujian, dan permintaan kustomer. Umumnya sampel QC dianalisa setiap hari pengujian dengan sampel rutin. Frekuensi QC harus ditingkatkan jika sejumlah besar sampel dianalisa secara rutin. Namun demikian, ketika pengujian menunjukkan dibawah kontrol statistik, frekuensi pengujian QC mungkin dikurangi. Presisi sampel QC harus dicek terhadap presisi metoda ASTM untuk memastikan kualitas data.

X1.4 In the absence of explicit requirements given in the test method, the frequency of QC testing is dependent on the criticality of the quality being measured, the demonstrated stability of the testing process, and customer requirements. Generally the QC sample is analyzed each testing day with routine samples. The QC frequency should be increased if a large number of samples are routinely analyzed. However, when it is demonstrated that the testing is under statistical control, the QC testing frequency may be reduced. The QC sample precision should be checked against the ASTM method precision to ensure data quality.

X1.5 Disarankan, jika memungkinkan, jenis sampel QC yang diuji secara regular akan mewakili material yang secara rutin dianalisa. Dan ketersediaan material sampel QC harus selalu ada untuk digunakan pada periode yang ditentukan, dan harus homogen dan stabil dalam kondisi penyimpanan yang diantisipasi. Lihat Praktek D6299 dan MNL 7 untuk petunjuk selanjutnya dalam melakukan teknik QC dan control chart.

X1.5 It is recommended that, if possible, the type of QC sample that is regularly tested be representative of the material routinely analyzed. And ample supply of QC sample material should be available for the intended period of use, and must be homogenous and stable under the anticipated storage conditions. See practice D6299 and MNL 7 for further guidance on QC and control charting techniques.

⁸ ASTM MNL 7 "Manual on Presentation of Data Control Chart Analysis, "6thed., dapat diperoleh dari kantor pusat ASTM.

⁸ ASTM MNL 7 "Manual on Presentation of Data Control Chart Analysis, "6thed., available from ASTM Headquarter

Ringkasan perubahan**Summary of changes**

Sub committee D02.03 telah mengidentifikasi letak perubahan yang dipilih pada standar ini sejak keluaran terakhir (D874-06) yang dapat mempengaruhi penggunaan standar ini.

(1) Penambahan 13.1.3, 13.1.4 dan Tabel 3 untuk memasukkan ketelitian minyak lumas tingkat PC 10 dalam studi antar Laboratorium pada 2006.

(2) Penambahan laporan penelitian baru RR: D02-1625.

Sub committee D02.03 has identified the location of selected changes to this standard since the last issue (D874-06) that may impact the use of this standard.

(1) Added 13.1.3, 13.1.4, and Table 3 to include the precision obtained for PC 10 grade oils in an interlaboratory study conducted in 2006.

(2) Added new research report RR: D02 625.

